

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
1. September 2005 (01.09.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2005/080661 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: D04H 3/02, 3/03,  
3/16, 3/10, D01F 2/00, D01D 5/08, D02J 1/08, D06B  
5/06, D01F 2/24

(74) Anwalt: PFENNING, MEINIG & PARTNER GBR;  
Mozartstrasse 17, 80336 München (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/001641

(81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(22) Internationales Anmeldedatum:  
17. Februar 2005 (17.02.2005)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(30) Angaben zur Priorität:  
10 2004 007 617.0  
17. Februar 2004 (17.02.2004) DE

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT  
ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN  
FORSCHUNG E.V. [DE/DE]; Hansastrasse 27c, 80686  
München (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): WEIGEL, Peter  
[DE/DE]; Seelenbinderstrasse 3B, 14532 Kleinmachnow  
(DE). FINK, Hans-Peter [DE/DE]; Kiefernweg 7, 14513  
Teltow (DE).

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF NON-WOVENS, NON-WOVENS, AND USE THEREOF

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VLIESSTOFFEN, VLIESSTOFFE UND DEREN VERWENDUNG

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing non-wovens, according to which a lyotropic solution of cellulose carbamate in N-methylmorpholine-N-oxide (NMMNO) is spun to several continuous threads into a precipitation bath via an air gap by extruding the same through a nozzle beam comprising several openings, whereupon said continuous threads are intermingled with the aid of gaseous medium and/or fluid that flows thereagainst. The invention further relates to such non-wovens and the use thereof.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamid in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen enthaltenden Düsenbalken über einen Luftspalt in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt werden. Ebenso betrifft die Erfindung derartige Vliesstoffe sowie deren Verwendung.

WO 2005/080661 A1

Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen,  
Vliesstoffe und deren Verwendung

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamid in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen enthaltenden Düsenbalken über einen Luftspalt in ein  
10 Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt werden. Ebenso betrifft die Erfindung derartige Vliesstoffe sowie deren Verwendung.

15 Nonwovens sind textile Flächengebilde, bei denen der Zusammenhalt der Fasern nicht durch Weben oder Stricken, sondern durch Verhakungen und mitunter auch Verklebungen nach Verwirbelung der Fasern gewährleistet wird. Wegen der vielseitigen Verwendungsmöglichkeiten und der niedrigen Produktionskosten weist die  
20

Nonwovens-Produktion nach wie vor hohe jährliche Wachstumsraten auf. Die Vorteile dieser Vliesmaterialien liegen insbesondere in der hohen Feuchtigkeitsaufnahme, der hohen Variabilität von Dichte und Dicke sowie der weitgehenden Flächenanisotropie, woraus sich die zahlreichen Verwendungsmöglichkeiten ergeben, z.B. in der Medizin (Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze, Wattebads usw.), für Hygieneprodukte, als Wischtücher in Haushalt und Industrie, als Dekorationsvliesstoffe (Tischdecken, Servietten, Vorhänge), Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie sowie für zahlreiche technische Anwendungen (z.B. Isoliermatten in der Bauindustrie).

Prinzipiell ist die Vliesbildung aus Kurzfasern, Stapelfasern oder Endlosfilamenten möglich. Die als „Spunbonding“ bzw. als „Spunlacing“ bezeichneten Verfahren der Vliesbildung aus Endlosfasern haben den Vorteil, dass das Erspinnen der Fasern und das Verlegen zu Vliesen in einem Prozess erfolgen, und sind Gegenstand dieser Erfindung. Als Ausgangsmaterial für die Vliesstoffe ist eine Vielzahl von faserbildenden Polymeren einsetzbar. Vliesstoffe aus Endlosfilamenten werden bevorzugt aus Synthesefasern wie Polyester, Polyacrylnitril oder Polypropylen hergestellt. Viskosefasern werden bevorzugt als Kurz- oder Stapelfasern zur Nonwovensherstellung eingesetzt.

Da das Viskoseverfahren, mit dem nach wie vor der größte Teil der Celluloseregeneratfasern hergestellt wird, mit erheblichen Umweltbelastungen und hohen Investitionskosten verbunden ist, werden bereits seit etlichen Jahren umfangreiche Anstrengungen unternommen, das Viskoseverfahren durch alternative Verfahren abzulösen. Dies gilt auch für die Herstellung von Nonwovens aus Cellulose. So wurde z.B. das sog. „Bem-

liese"-Verfahren entwickelt, bei dem Baumwollinterns nach dem Cuproammoniumverfahren versponnen und zu Vliesen verarbeitet wird (US 3,833,438). Beide Verfahren haben darüber hinaus den Vorteil, dass die Nonwovens-Produkte aus Endlosfilamenten im Direktverfahren hergestellt werden können.

Ein anderes Verfahren, nach dem u.a. die bekannte „Lyocell“-Faser hergestellt wird, besteht im Ausfällen einer Lösung von Cellulose in einem System aus N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) und Wasser (US 3,767,756, DE 28 30 685), wobei die Lösung über einen Luftspalt in ein wässriges Fällbad extrudiert wird. Das Verfahren wird auch für die Herstellung von Nonwovens-Produkten eingesetzt (WO 00/18991, WO 98/07911).

Ein weiteres bekanntes Verfahren zur Herstellung von Fasern und anderen Formkörpern aus Regeneratcellulose besteht im Ausfällen einer Lösung von Cellulosecarbamat (EP-A 57 105, EP-A 178 292), das durch Umsetzung von Cellulose mit Harnstoff bei thermischer Spaltung des Harnstoffs in Isocyansäure und Ammoniak und Reaktion der Isocyansäure mit den OH-Gruppen der Cellulose gebildet wird. Cellulosecarbamat ist in kalter verdünnter Natronlauge löslich und kann in erwärmer Natronlauge wieder zu Cellulose regeneriert werden.

Ausgehend hiervon war es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein vom Viskoseverfahren unabhängiges Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen aus Cellulosecarbamat bzw. regenerierter Cellulose bereitzustellen, das bei guten Produkteigenschaften den Ansprüchen hinsichtlich geringer Investitions- und Produktionskosten sowie geringer Umweltbelastung genügt. Ebenso war es Aufgabe der Erfindung, Vliesstoffe mit

überlegenen Produkteigenschaften bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und die Vliesstoffe mit den Merkmalen der Ansprüche 20 und 23 gelöst. Die weiteren abhängigen Ansprüche zeigen vorteilhafte Weiterbildungen auf. In den Ansprüchen 28 bis 33 werden Verwendungen des erfindungsgemäßen Vliesstoffes angegeben.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamat in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen, d.h. Düsen, enthaltenden Düsenblock über einen Luftspalt in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid unter Bildung des Vliesstoffes verwirbelt werden.

Cellulosecarbamat ist in NMMNO löslich und kann in ähnlicher Weise wie Cellulose verformt werden. Gegenüber dem herkömmlichen NMMNO-Verfahren zeigen sich dabei die folgenden vorteilhaften Unterschiede:

1. Die Viskosität der Lösung steigt mit zunehmendem Gehalt an Cellulose bzw. Cellulosecarbamat stark an. Eine zu hohe Viskosität beeinträchtigt jedoch die Spinnfähigkeit der Lösung. Die Grenze der Spinnfähigkeit liegt daher bei der herkömmlichen Celluloseslösung bei einem Gehalt von maximal 15 %. Dagegen liegt diese Grenze bei Cellulosecarbamat bei etwa 30 %. Lösungen mit einem Gehalt an Cellulosecarbamat von 25 % sind noch problemlos verspinnbar. Die höhere Konzentration der Lösung bedingt einen geringeren Einsatz an Lösungsmittel

und damit einen geringeren Aufwand bei der Aufarbeitung des Fällbades zur Rückgewinnung des NMMNO und führt so zu einer deutlichen Kostensenkung.

5        2. Lösungen mit einem Cellulosecarbamatzgehalt von über 20 % zeigen überraschend ein lyotropes Verhalten, d.h. das Cellulosecarbamat liegt in einem flüssigkristallinen Zustand vor, wie aus polarisationsmikroskopischen Aufnahmen (Bilder 1 und 2) ersichtlich ist. Daraus ergibt sich die äußerst vorteilhafte Anwendung, dass die Moleküle beim Verspinnen infolge der Scherung im Düsenkanal nahezu perfekt in Faserrichtung ausgerichtet werden, die Fasern somit eine außerordentlich hohe Orientierung und damit eine sehr hohe Festigkeit besitzen. Erreichbar sind Festigkeiten von 60 cN/tex und darüber.

10      3. Cellulosecarbamat besitzt eine wesentlich höhere Wasseraufnahmefähigkeit und bessere Anfärbbarkeit als Cellulose.

15      20

Vorzugsweise wird für die Extrusion ein Düsenbalken mit mindestens 10.000 Öffnungen verwendet. Das Verhältnis von Länge zu Durchmesser (L/D-Verhältnis) der Düsen liegt dabei vorzugsweise zwischen 1 und 20.

25      30 Bevorzugt beträgt die Breite des Luftspaltes zwischen Düse und Fällbad 5 bis 250 mm, besonders bevorzugt 10 bis 150 mm.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante des Verfahrens werden die Endlosfäden nach dem Verspinnen in einen schlitzförmigen Trichter nach unten geführt, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt. Zur

Verbesserung der Verwirbelung der Endlosfäden ist es weiterhin bevorzugt, diese durch eine Rüttelbewegung des Trichters zu realisieren.

5 Als gasförmiges Medium und/oder Fluid werden vorzugsweise Luft und/oder Wasser eingesetzt.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Endlosfäden nach 10 der Verwirbelung auf einem Transportband abgelegt werden. Vorzugsweise wird dabei durch Rüttelbewegung des Transportbandes eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden realisiert.

Bevorzugt wird die lyotrope Lösung durch Quellen des 15 Cellulosecarbamats in einer 50 %-igen Lösung von NMMNO in Wasser und anschließendem Entzug des Wassers bis auf ein Verhältnis von NMMNO zu Wasser zwischen 80:20 und 90:10, besonders bevorzugt 87:13 hergestellt.

20 Der Cellulosecarbamat-Anteil der lyotropen Lösung beträgt dabei bevorzugt mindestens 20 Gew.-%, besonders bevorzugt 22 bis 27 Gew.-%. Die Prozentangaben beziehen sich hierbei auf die gesamte lyotrope Lösung.

25 Vorzugsweise besteht das Fällbad aus einer Lösung von NMMNO in Wasser mit einem NMMNO-Anteil von 0,5 bis 25 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Lösung von NMMNO in Wasser.

30 Die Extrusion bzw. das Verspinnen erfolgt bevorzugt bei einer Temperatur von 80 bis 110° C, besonders bevorzugt von 85 bis 95° C.

35 In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsvariante des Verfahrens wird der Vliesstoff im Anschluss an

die zuvor beschriebenen Schritte gewaschen, abgepresst sowie getrocknet. Das Waschen kann dabei vorzugsweise durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgen.

5

Weiterhin ist es bevorzugt, dass das Cellulosecarbamat in einem Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser bei einer Temperatur von 60 bis 95° C zu Cellulose regeneriert wird. Hierdurch wird es ermöglicht, Vliesstoffe aus regenerierter Cellulose herzustellen. In einer ersten vorteilhaften Variante ist es möglich, die Regenerierung zwischen Extrusion und Verwirbelung durchzuführen. Eine weitere bevorzugte Variante sieht vor, dass die Regenerierung nach der Verwirbelung durchgeführt wird.

10

15

Erfindungsgemäß wird ebenso ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus Cellulosecarbamat bereitgestellt. Dabei ist es bevorzugt, dass die Endlosfäden eine Festigkeit von mindestens 60 cN/tex aufweisen. Weiterhin ist ein derartiger Vliesstoff vorzugsweise nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19 herstellbar.

20

30

Erfindungsgemäß wird auch ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus regenerierter Cellulose bereitgestellt. Hinsichtlich der Regenerierung des Cellulosecarbamats zu Cellulose wird dabei auf die Ansprüche 16 bis 19 Bezug genommen. Die Fasern aus regenerierter Cellulose weisen dabei bevorzugt einen Reststickstoffgehalt (Rest-N-Gehalt) von 0,3 bis 0,5, besonders bevorzugt von 0,1 bis 1,2, auf.

25

35

Der Vliesstoff weist eine Porenstruktur mit einer bevorzugten Porosität von 1 bis 10 % auf.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass der Vliesstoff eine spezifische innere Oberfläche zwischen 20 und 50 m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>, gemessen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS), aufweist.

5

Besonders bevorzugt ist der erfindungsgemäße Vliesstoff aus regenerierter Cellulose nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19 herstellbar.

10

Verwendung finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe vorzugsweise in der Medizin, insbesondere als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze oder Wattepads. Ebenso sind die Vliesstoffe auch als Hygienestoffe oder als Wischtücher im Haushalt einsetzbar. Ein weiteres Anwendungsfeld der erfindungsgemäßen Vliesstoffe sind Dekorationsvliestoffe, insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge sowie Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie. Weiterhin finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe als Isoliermatten oder Verstärkervliese, z.B. als Ersatz für Glasfaservliese, in der Bauindustrie Verwendung. Aufgrund der hohen Festigkeit sind die erfindungsgemäßen Vliesstoffe ähnlich wie Glasfaservliese für die Verstärkung von Kunststoffen einsetzbar.

15

Ein weiteres Anwendungsfeld der erfindungsgemäßen Vliesstoffe sind Dekorationsvliestoffe, insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge sowie Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie. Weiterhin finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe als Isoliermatten oder Verstärkervliese, z.B. als Ersatz für Glasfaservliese, in der Bauindustrie Verwendung. Aufgrund der hohen Festigkeit sind die erfindungsgemäßen Vliesstoffe ähnlich wie Glasfaservliese für die Verstärkung von Kunststoffen einsetzbar.

20

Anhand der nachfolgenden Figuren und des nachfolgenden Beispiels soll der erfindungsgemäße Gegenstand näher erläutert werden, ohne diesen auf die hierin beschriebenen Ausführungsvarianten zu beschränken.

25

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrensablaufs.

30

Fig. 2 zeigt einen erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichter, an dessen Ausgang die Verwirbelung erfolgt.

35

Der prinzipielle Ablauf des Verfahrens ist in Figur 1 dargestellt. Hierbei wird die Spinnlösung 1 über eine Spinnpumpe 2 mittels eines Düsenbalkens 3, der eine Vielzahl von Düsen enthält, in ein Fällbad 4 extrudiert. Das Spinnen erfolgt dabei senkrecht von oben nach unten über den Luftspalt in das Fällbad. Über Umlenkrollen 5 werden die Fasern in waagrechter Richtung abgezogen. Auf dieser Strecke kann sich optional 5 ein erstes Waschbad und eine Reckstrecke befinden. Eine weitere Umlenkrolle 6 führt das Faserbündel anschließend nach unten in einen schlitzförmigen Trichter 7, an dessen Ausgang das Faserbündel beidseits von Luft oder Wasser angeströmt wird. Die so verwirbelten Fasern werden auf dem darunter befindlichen Transportband 8 abgelegt, wobei durch Rüttelbewegung 10 der Ablegevorrichtung oder des Transportbandes quer zur Laufrichtung eine weitere Verwirbelung erfolgt. Das Band durchläuft ein Waschbad mit einer Waschdüse 9, das auch durch ein unter hohen Druck stehenden Wasserstrahl realisiert werden kann, und damit im 15 Sinne des Spun-Lacing zu einer weiteren Verfestigung des Materials führt. Das Transportband besteht aus einem weitmaschigen Netz, vorzugsweise aus Metall, 20 das ein rasches Ablaufen der Waschflüssigkeit gewährleistet. Anschließend kann das Material in entsprechenden Trocknungsvorrichtungen getrocknet werden. Das Wasser kann aber auch durch ein Walzenpaar ausgepresst werden, womit gleichzeitig eine Verdichtung 25 des Vliesstoffes erreicht werden kann.

Figur 2 zeigt den Aufbau eines erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichters. Über den Fasereinlauf 1 kann die Faser in den besagten Trichter eingeführt werden. Der Transport der Faser durch den Trichter 35 wird dabei durch eine Venturi-Düse ermöglicht, die

das Wasserstrahl-Prinzip umsetzt. Durch die Öffnung 3 erfolgt die Zufuhr von Wasser, Luft oder auch einem Gemisch hiervon, das aufgrund des Venturi-Profils so am Kanal 4 vorbeiströmt, dass ein Unterdruck entsteht, der die Faser durch den Kanal 4 transportiert. Am unteren Ende 5 des Trichters befindet sich der Fasersausgang, von wo aus die Endlosfäden dann weitertransportiert werden können.

10 Beispiel

800 g Zellstoff mit einem DP<sub>(Cuoxam)</sub> von 520 werden in einem Kneter mit 3200 g einer Lösung, bestehend aus 12 Gew.-% NaOH, 30 Gew.-% Harnstoff und 58 Gew.-% Wasser 1 h bei 25° C intensiv gemischt und anschließend bei 23° C 48 h auf einen DP<sub>(Cuoxam)</sub> von 300 vorgereift. Die feuchte Alkalicellulose wird bei Raumtemperatur in einem 5 l-Kneter mit 1200 g festem kristallinem Harnstoff 30 min geknetet. Anschließend wird die Temperatur des Kneters auf 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C wird die Masse 120 min weiter geknetet und anschließend aus dem Kneter ausgetragen. Zur Gewinnung des reinen CC wird die trockene krümelige Masse 3 mal mit entionisiertem Wasser bei einem Flottenverhältnis von 1:16 gewaschen, über einer Fritte abgesaugt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Dieses aufgelockerte und krümelige Produkt hatte einen Stickstoffgehalt von 3,0 % und einen DP<sub>(Cuoxam)</sub> von 290.

35 Das Cellulosecarbamat wurde in einem Kneter mit einer 50 %-igen wässrigen NMMO-Lösung versetzt, diese Lösung durch Abzug des überschüssigen Wassers unter ei-

nem Vakuum von 80 mbar bis zum NNMO-Monohydrat aufkonzentriert und dabei das Cellulosecarbamid aufgelöst. Die Spinnlösung hatte einen Cellulosegehalt von 25 Masse-%. Die Lösung wurde auf einer Laboranlage mit 10.000 Kapillaren versponnen, über ein Rollensystem zur Verwirbelungsdüse geführt, dort in einem Wasserstrom verwirbelt und kontinuierlich auf einem Förderband zu einem Vlies abgelegt, gewaschen und getrocknet. Das Flächengewicht des Vlieses betrug  
5 75,7 g/m<sup>2</sup>, die Trockenfestigkeit 8,5 kN/m.  
10

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei  
5 dem eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamid  
in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels  
Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen  
enthaltenden Düsenblock über einen Luftspalt in  
ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen  
10 wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gas-  
förmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt wer-  
den.
2. Verfahren nach Anspruch 1,  
15 dadurch gekennzeichnet, dass ein Düsenblock mit  
mindestens 10000 Öffnungen eingesetzt wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,  
20 dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis von  
Länge zu Durchmesser der Düsen von 1 bis 20 be-  
trägt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü-  
che,  
25 dadurch gekennzeichnet, dass die Breite des  
Luftspaltes zwischen Düse und Fällbad 5 bis 150  
30 mm, insbesondere 10 bis 50 mm beträgt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü-  
che,

5 dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden nach dem Verspinnen in einen schlitzförmigen Trichter nach unten geführt werden, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt.

10 6. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,  
dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewe-  
gung des Trichters eine weitere Verwirbelung der  
Endlosfäden erreicht wird.

15 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü-  
che,  
dadurch gekennzeichnet, dass als gasförmiges Me-  
dium und/oder Fluid Luft und/oder Wasser einge-  
setzt werden.

20 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprü-  
che,  
dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden  
nach der Verwirbelung auf einem Transportband  
abgelegt werden.

25 9. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,  
dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewe-  
gung des Transportbandes eine weitere Verwirbe-  
lung der Endlosfäden erreicht wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass der Cellulosecarbamat-Anteil der lyotropen Lösung mindestens 20  
5 Gew.-%, insbesondere 22 bis 27 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, beträgt.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die lyotrope Lösung durch Quellen des Cellulosecarbamats in einer 40 bis 70 %igen, insbesondere einer 50 %igen Lösung von NMMNO in Wasser und anschließendem Entzug  
15 des Wassers bis auf ein Verhältnis von NMMNO zu Wasser zwischen 80:20 und 90:10 hergestellt wird.

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass das Fällbad aus einer Lösung von NMMNO in Wasser mit einem NMMNO-Anteil von 0,5 bis 25 Gew.-%, insbesondere 5 bis  
25 15 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, besteht.

30. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Extrusion bei einer Temperatur zwischen 80 bis 110 °C, insbesondere 85 bis 95 °C erfolgt.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

5 dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff im Anschluss gewaschen, abgepresst und getrocknet wird.

15. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

10 dadurch gekennzeichnet, dass das Waschen durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgt.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

20 dadurch gekennzeichnet, dass das Cellulosecarbamat in einem Regenerierungsbad zu Cellulose regeneriert wird.

25 20. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass das Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser besteht und die Regeneration bei einer Temperatur von 60 bis 95 °C erfolgt.

30 28. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 oder 17,

dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung zwischen Extrusion und Verwirbelung durchgeführt wird.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 oder 17,

dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung  
nach der Verwirbelung durchgeführt wird.

5

20. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden  
aus Cellulosecarbamid.

21. Vliesstoff nach Anspruch 20,

10

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden ei-  
ne Festigkeit von mindestens 60 cN/tex aufwei-  
sen.

15

22. Vliesstoff nach Anspruch 20 oder 21,

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff nach  
dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15  
herstellbar ist.

20

23. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden  
aus regenerierter Cellulose.

24. Vliesstoff nach Anspruch 23,

25

dadurch gekennzeichnet, dass der Rest-N-Gehalt  
von 0,3 bis 0,5 %, insbesondere 0,1 bis 0,2 %  
beträgt.

30

25. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 oder 24,

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff eine

Porenstruktur mit einer Porosität von 1 bis 10 % aufweist.

26. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 25,

5

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff einen spezifische innere Oberfläche zwischen 20 und 50 m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>, gemessen mittels Röntgenkleinwinkelstrennung (engl. small angle x-ray scattering, SAXS), aufweist.

10

27. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 26,

15

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff mit dem Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19 herstellbar ist.

20

28. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 in der Medizin, insbesondere als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze oder Wattepads.

25

29. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 als Hygienestoffe oder als Wischtücher im Haushalt.

30

30. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 als Dekorationsvliestoffe, insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge.

31. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-sprüche 20 bis 27 als Einlegevliese in der Be-kleidungsindustrie.
  
- 5 32. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-sprüche 20 bis 27 als Verstärkungsvliese oder Isoliermatten in der Bauindustrie.
  
- 10 33. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-sprüche 20 bis 27 als Verstärkungsmaterial für faserverstärkte thermoplastische und duroplasti-sche Kunststoffe.

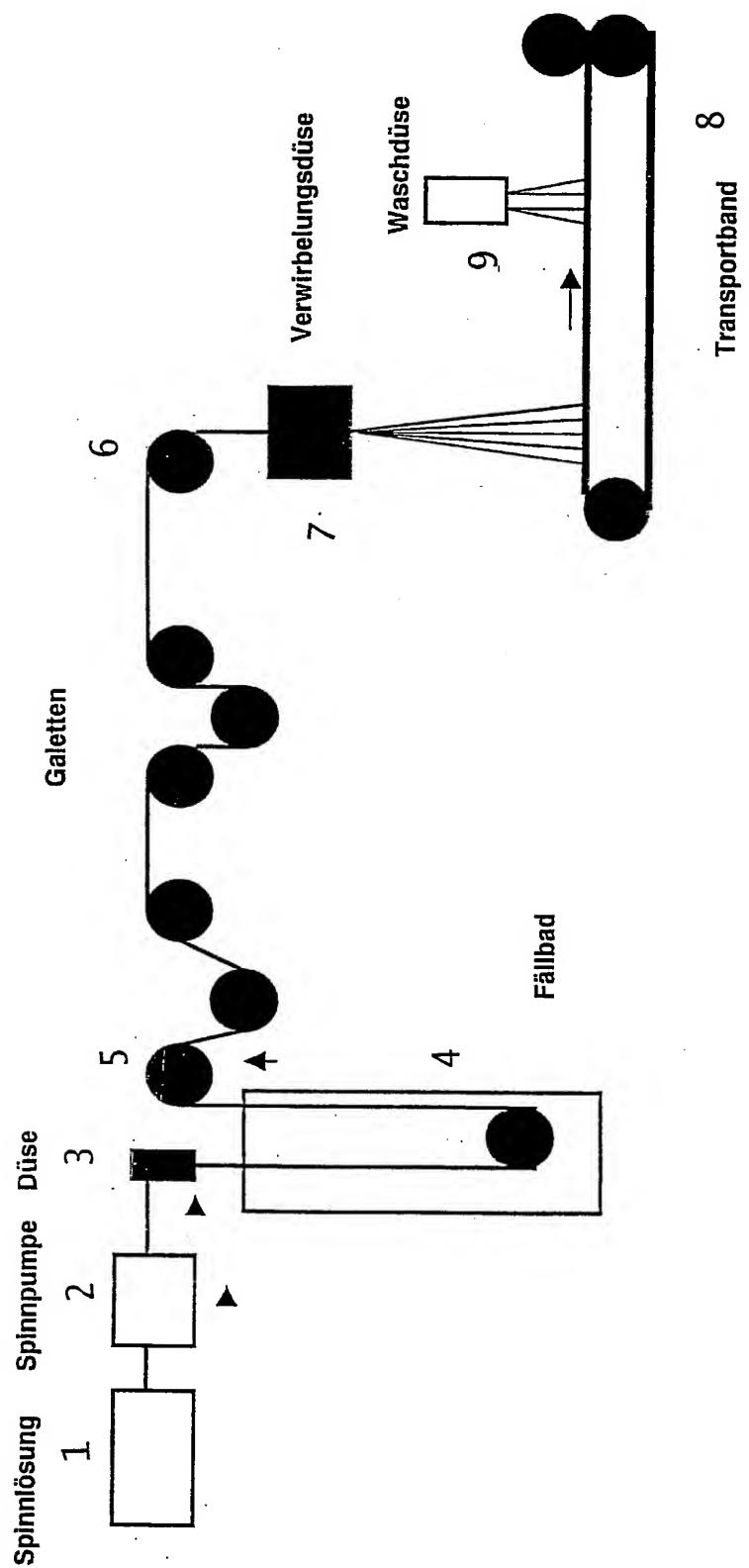
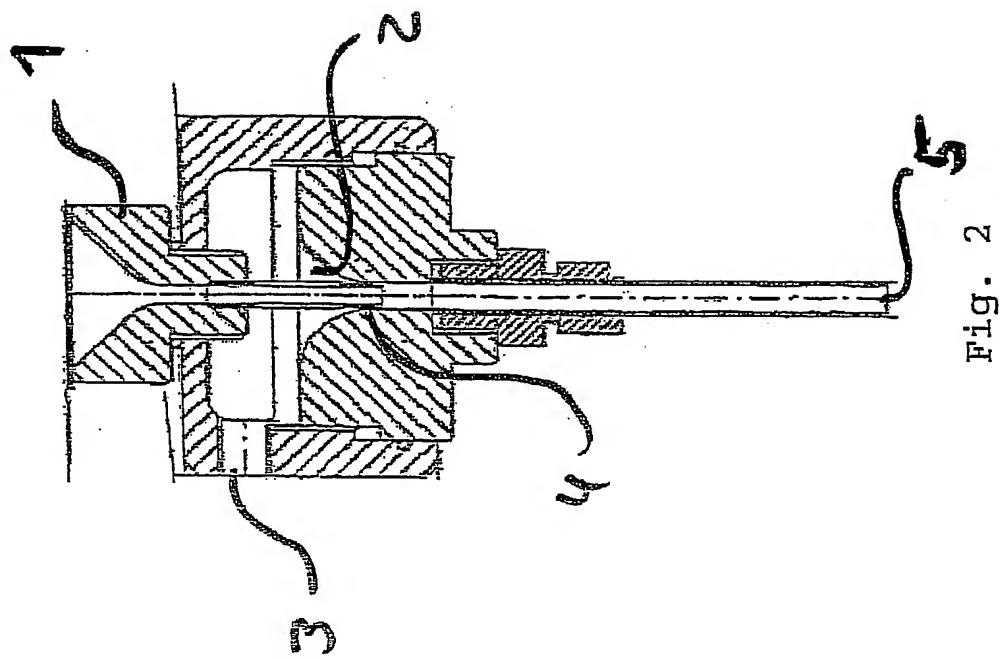


Fig. 1



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International Application No PCT/EP2005/001641
---

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>					
IPC 7	D04H3/02	D04H3/03	D04H3/16	D04H3/10	D01F2/00
	D01D5/08	D02J1/08	D06B5/06	D01F2/24	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>					
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)					
IPC 7 D04H D01F D01D D02J D06B					
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched					
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)					
EPO-Internal, WPI Data, PAJ					
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>					
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages				Relevant to claim No.
X	WO 88/05090 A (NESTE OY) 14 July 1988 (1988-07-14) page 3, line 29 - page 4, line 4 example 2				20-22, 28-33 1-19
X	DE 25 39 725 A1 (ASAHI KASEI KOGYO K.K.; ASAHI KASEI KOGYO K.K., OSAKA) 25 March 1976 (1976-03-25) examples 7,8				23-33
A	EP 0 879 906 A (LURGI ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT; ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT) 25 November 1998 (1998-11-25) column 2, line 18 - line 51 column 5, line 34 - column 6, line 6				1-33
					-/-
<input checked="" type="checkbox"/>	Further documents are listed in the continuation of box C.				<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents :					
'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance					
'E' earlier document but published on or after the international filing date					
'L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)					
'O' document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means					
'P' document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed					
'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention					
'X' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone					
'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.					
'&' document member of the same patent family					
Date of the actual completion of the international search			Date of mailing of the international search report		
31 May 2005			06/06/2005		
Name and mailing address of the ISA			Authorized officer		
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016			Fiocco, M		

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**International Application No  
PCT/EP2005/001641**C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 955 128 A (N. V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH) 15 April 1964 (1964-04-15) page 1, line 11 - line 56 page 2, line 40 - line 46 -----	1-19
A	WO 83/03433 A (NESTE OY) 13 October 1983 (1983-10-13) examples -----	1-19

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2005/001641

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
WO 8805090	A	14-07-1988	FI AT AT BE BR CA DD DE ES WO FR GB IN IT JP NL NO SE SU US	865364 A 394400 B 903887 A 1001196 A5 8707621 A 1286464 C 274061 A5 3790861 T 2005498 A6 8805090 A1 2612951 A1 2207447 A ,B 168120 A1 1224440 B 1501804 T 8720728 A 883863 A ,B, 8802969 A 1697593 A3 4906521 A	01-07-1988 25-03-1992 15-09-1991 16-08-1989 03-10-1989 23-07-1991 06-12-1989 08-12-1988 01-03-1989 14-07-1988 30-09-1988 01-02-1989 09-02-1991 04-10-1990 22-06-1989 01-12-1988 30-08-1988 25-08-1988 07-12-1991 06-03-1990
DE 2539725	A1	25-03-1976	JP JP JP JP JP JP JP FR GB IT US	1264725 C 52021301 A 59042107 B 945229 C 51032704 A 53025001 B 2284700 A1 1514553 A 1044388 B 4107374 A	16-05-1985 17-02-1977 12-10-1984 20-03-1979 19-03-1976 24-07-1978 09-04-1976 14-06-1978 20-03-1980 15-08-1978
EP 0879906	A	25-11-1998	DE AT DE EP ES US US	19721609 A1 211190 T 59802501 D1 0879906 A2 2165641 T3 5968433 A 6234778 B1	26-11-1998 15-01-2002 31-01-2002 25-11-1998 16-03-2002 19-10-1999 22-05-2001
GB 955128	A	15-04-1964	CH CH SE	388826 A 429526 A 315972 B	28-02-1965 31-01-1967 13-10-1969
WO 8303433	A	13-10-1983	FI AT BR CA DD DE EP WO IN IT NO SU US	64605 B 17876 T 8306665 A 1205958 A1 211586 A5 3362056 D1 0103618 A1 8303433 A1 158268 A1 1205634 B 834388 A ,B, 1612998 A3 4583984 A	31-08-1983 15-02-1986 07-02-1984 17-06-1986 18-07-1984 20-03-1986 28-03-1984 13-10-1983 11-10-1986 23-03-1989 29-11-1983 07-12-1990 22-04-1986

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2005/001641
---

<b>A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b>					
IPK 7	D04H3/02	D04H3/03	D04H3/16	D04H3/10	D01F2/00
	D01D5/08	D02J1/08	D06B5/06	D01F2/24	
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK					
<b>B. RECHERCHIERTE GEBiete</b>					
Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole ) <b>IPK 7 D04H D01F D01D D02J D06B</b>					
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen					
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) <b>EPO-Internal, WPI Data, PAJ</b>					
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>					
Kategorie <sup>a</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile				Betr. Anspruch Nr.
X	WO 88/05090 A (NESTE OY) 14. Juli 1988 (1988-07-14)				20-22, 28-33
A	Seite 3, Zeile 29 – Seite 4, Zeile 4 Beispiel 2				1-19
X	DE 25 39 725 A1 (ASAHI KASEI KOGYO K.K.; ASAHI KASEI KOGYO K.K., OSAKA) 25. März 1976 (1976-03-25) Beispiele 7,8				23-33
A	EP 0 879 906 A (LURGI ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT; ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT) 25. November 1998 (1998-11-25) Spalte 2, Zeile 18 – Zeile 51 Spalte 5, Zeile 34 – Spalte 6, Zeile 6				1-33
					-/-
<input checked="" type="checkbox"/>	Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen				<input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>*A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</li> <li>*E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</li> <li>*L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchebericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</li> <li>*O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</li> <li>*P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</li> </ul>					
<p>*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem Internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>*X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>*Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>*&amp;* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>					
Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche			Absendedatum des internationalen Recherchenberichts		
31. Mai 2005			06/06/2005		
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016			Bevollmächtigter Bediensteter <b>Fiocco, M</b>		

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/001641**C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	GB 955 128 A (N. V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH) 15. April 1964 (1964-04-15) Seite 1, Zeile 11 – Zeile 56 Seite 2, Zeile 40 – Zeile 46 -----	1-19
A	WO 83/03433 A (NESTE OY) 13. Oktober 1983 (1983-10-13) Beispiele -----	1-19

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2005/001641

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 8805090	A	14-07-1988	FI AT AT BE BR CA DD DE ES WO FR GB IN IT JP NL NO SE SU US	865364 A 394400 B 903887 A 1001196 A5 8707621 A 1286464 C 274061 A5 3790861 T 2005498 A6 8805090 A1 2612951 A1 2207447 A ,B 168120 A1 1224440 B 1501804 T 8720728 A 883863 A ,B, 8802969 A 1697593 A3 4906521 A		01-07-1988 25-03-1992 15-09-1991 16-08-1989 03-10-1989 23-07-1991 06-12-1989 08-12-1988 01-03-1989 14-07-1988 30-09-1988 01-02-1989 09-02-1991 04-10-1990 22-06-1989 01-12-1988 30-08-1988 25-08-1988 07-12-1991 06-03-1990
DE 2539725	A1	25-03-1976	JP JP JP JP JP JP JP FR GB IT US	1264725 C 52021301 A 59042107 B 945229 C 51032704 A 53025001 B 2284700 A1 1514553 A 1044388 B 4107374 A		16-05-1985 17-02-1977 12-10-1984 20-03-1979 19-03-1976 24-07-1978 09-04-1976 14-06-1978 20-03-1980 15-08-1978
EP 0879906	A	25-11-1998	DE AT DE EP ES US US	19721609 A1 211190 T 59802501 D1 0879906 A2 2165641 T3 5968433 A 6234778 B1		26-11-1998 15-01-2002 31-01-2002 25-11-1998 16-03-2002 19-10-1999 22-05-2001
GB 955128	A	15-04-1964	CH CH SE	388826 A 429526 A 315972 B		28-02-1965 31-01-1967 13-10-1969
WO 8303433	A	13-10-1983	FI AT BR CA DD DE EP WO IN IT NO SU US	64605 B 17876 T 8306665 A 1205958 A1 211586 A5 3362056 D1 0103618 A1 8303433 A1 158268 A1 1205634 B 834388 A ,B, 1612998 A3 4583984 A		31-08-1983 15-02-1986 07-02-1984 17-06-1986 18-07-1984 20-03-1986 28-03-1984 13-10-1983 11-10-1986 23-03-1989 29-11-1983 07-12-1990 22-04-1986